Japan Patent Office (JP) L.S.# 181

Public Report of Opening of the Patent

Opening No. of patent: H 5-178794
Date of Opening: July 20, 1993

Int.Cl.	Distinguishing mark	Adjustment No. in office	FI
C 07 C 69/92		9279-4H	
269/02		6917-4H	
271/16		6917-4H	
C 08 F 20/30	MMV	7242-4J	
C 08 F 299/06	MRX	7442-4J	

Request of examination: pending Number of items requested: 1

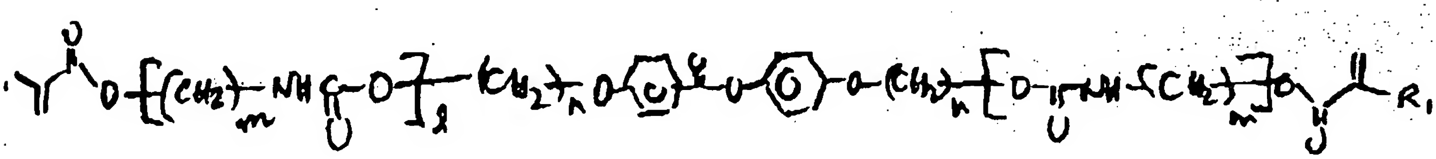
Application of the patent: H 3-344860
Date of application: Dec. 26, 1991

Inventor: Masayuki Aizawa
Tokuyama Sotatsu K.K., 1-1 Mikage-cho Tokuyama-shi, Yamaguchi
Inventor: Takeshi Sato
Tokuyama Sotatsu K.K., 1-1 Mikage-cho Tokuyama-shi, Yamaguchi
Applicant: Tokuyama Sotatsu K.K., 1-1 Mikage-cho Tokuyama-shi, Yamaguchi

Detailed Report
Name of the invention:
bi-functional (metha)acrylate

Outline
(object)
This invention supplies a new radical polymerizing bi-functional (metha)acrylate.

(constitution)
This invention is regarding a bi-functional (metha)acrylate which is expressed by the general formula on page 1. (In the formula, R_1 is H or CH_3, l is 0 or 1, m is 2 to 4, n is 2 to 12)



Publicized Report of Patent

Sphere of the patent application
(requested clause 1)

This invention is regarding a bi-functional (metha)acrylate which is expressed by the general formula on page 2). (In the formula, R_1 is -H or $-CH_3$, l is 0 or 1, m is 2 to 4, n is 2 to 12)

(field of industrial use)

This invention is regarding a new radical polymerizing bi-functional (metha)acrylate.

(prior art)

Formerly, various multifunctional (metha)acrylates for polymers or co-polymers has been known. For instance, aliphatic (metha)acrylates such as hexandiol (metha)acrylate, neopentyl glycol di(metha)acrylate, polyethylene glycol di(metha)acrylate, polypropylene glycol di(metha)acrylate, glycerol tri(metha)acrylate, trimethylol propane tri(metha)acrylate, penta erythritol tri(metha)acrylate, dipenta erythritol hexa(metha)acrylate; or aromatic (metha)acrylate such as bisphenol A glycidyl di(metha)acrylate, ethylene oxide denatured bisphenol A di(metha)acrylate are public knowledge.

These kinds of aliphatic or aromatic (metha)acrylates are generally used for crosslinking material of various high molecular weight materials for electronic parts, optical materials , and [redacted] However, although aliphatic (metha) acrylate is generally superior in polymerization, its polymerization has problems such as it is not strong or durable is not sufficient. On the other hand, aromatic (metha)acrylate polymer is better in these characteristics compared to (metha)acrylate, but it is still not enough.

(problems that this invention tries to solve)

The object of this invention is to supply a polymer which is superior in both strength and durability.

(steps for solving the problems)

That is, this invention is regarding bi-functional (metha)acrylate which is expressed by the general formula (I) on page 2 (In the formula, R_1 is -H or $-CH_3$, l is 0 or 1, m is 2 to 4, n is 2 to 12)

general formula (I)

The (metha)acrylate of this invention is expressed by the general formula (I), but as a more specific example of an especially good example, there are the following compounds.

see formula on page 3

(a) infrared absorption spectrum (IR)

Generally, in (metha)acrylate ester, absorption based on the carbonyl group around 1720 cm^{-1} can be observed. Also, absorption due to a double bond is observed at 1640 cm^{-1}. Absorption of the carbonyl group bonded directly to the phenyl group is observed at 1730 cm^{-1}, and absorption of the phenyl group can be observed around 160 cm^{-1}. Also, the absorption of the carbonyl group due to -NH-C(O)C- is observed at 1630 to 1700 cm^{-1}.

(b) ^1H nuclear magnetic resonance spectrum

By the chemical shift of ^1H, the generated substance can be identified. Regarding specific identification of the compound of this invention, it will be explained in the following example of practice. However, the compound of this invention can be identified by ^1H nuclear magnetic resonance spectrum.

(c) mass spectrum

Using field ion-mass spectroscopy, the molecule ion peak M^- of compound of this invention can be confirmed.

(d) element analysis

Regarding the identification of the compound of this invention, more detailed identification will be possible by either the ^1H nuclear magnetic resonance spectrum or by comparing the result of each elemental analysis of the obtained compound and the theoretical calculated values for H, C, N and in the compound.

Therefore, the bi-functional (metha)acrylate of this invention can be identified using the analysis methods stated in the above (a) to (d).

The manufacturing method of the bi-functional (metha)acrylate of this invention is not limited to any specific method - it can be any method. A representative manufacturing method is going to be explained in the following.

An alcohol halide expressed by general formula (1):X-$(CH_2)_n$-OH (X is halogen atom such as Cl, Br, n is integral number of 2 to 12) is reacted for etherization with 4-hydroxyphenyl 4-hydroxy benzoate expressed by formula (2) on page 4, and the compound expressed by general formula (3) on page 4 is obtained. (in the formula, n is 2 to 12)

Next, the compound of general formula (3) obtained above and an isocyanate alkyl(metha)acrylate expressed by general formula (4) on page 2 or (metha)acrylate chloride are reacted, and the compound expressed by general formula (I) of this invention is obtained. (in the formula (4), R_2 is -H or -CH_3, and m is integral number between 2 to 4.)

The above method is going to be explained more specifically in the following. First, the compound of general formula (2) is reacted with reactants such as KOH, K_2, CO_3, $NaOC_2H_5$ in an appropriate solvent such as alcohol, ether, acetone, or dimethylformamide to make sodium or potassium salt. Next, an alcohol halide expressed by general formula (1) is added, and the ether reaction is done, and the compound of general formula (3) is obtained. Also, the compound (3) and (metha)acrylate chloride or isocyanate alkyl (metha)acrylate expressed by the above general formula (4) are reacted in an appropriate solvent in the presence of a basic catalyst such as pyridine or triethylamine. After that, by repeating recrystallization using an appropriate solvent, the compound of the above general formula (I) of this invention can be obtained.

(effects of this invention)

The bi-functional (metha)acrylate of this invention is a new compound. This compound has phenyl ester benzoate which is a mesogen group in its molecular structure, and since it has flexible construction at both ends, the mutual function between monomers is strong. Depending on the length of alkylene, it shows liquid crystal behavior. Because of that, the (metha)acrylate itself expressed by general formula (I) will have superior strength if polymerized singly. Also, it shows superior characteristic after co-polymerizing it with other monomers as a reactive dilution agent. Especially, the (metha)acrylate of this invention can be used favorably for dental filling material by mixing inorganic filling agents and radial polymerization initiators. In such a case, an improvement in strength of 20 % or more compared to former dental filling material can be expected.

(examples of practice)

The following examples of practice are used to explain this invention more specifically. However, this invention is not limited to these examples of practice.

example of practice 1

2.3 g of 4-hydroxyphenyl 4-hydroxy benzoate (0.01 mol), 40 ml of acetone, and 1.38 g of potassium carbonate were added to a 100ml flask. While nitrogen was introduced, it was refluxed for 3 hours. After that, 4.0 g of 6-brom 1-hexanol (0.022 mol) was titrated taking 1 hour, and it was refluxed again for another 30 hours. After it was neutralized with hydrochloric acid, it was precipitated by adding a large amount of water, and the collected solid was recrystallized using methanol, and 1.42 g of a white crystal (will be called compound a) was obtained. The yield was 33 %.

Next, 4.3 g of compound a (0.01 mol), 1.58 g of pyridine (0.02 mol), and 40 ml of tetrahydrofuran were added to another 100 ml flask. While it was stirred, 2.18 g of chloride acrylate (0.022mol) was titrated gradually at room temperature. After it was stirred at room temperature for 1 hour, the temperature was raised gradually, and it was refluxed for 3 hours. After the reaction liquid was filtered to remove tetrahydrofuran, the remaining solid was recrystallized using isobutyl alcohol. 1.8 g of white crystal with the following structure was obtained. The yield was 33.5 %.

According to the infrared absorption spectrum of the reaction products, the absorption based on -OH near 3400 cm^{-1} was lost, and the carbonoyl group of

methacrylate and absorption of C=C were observed at 1718 cm^{-1} and 1636 cm^{-1}, and the absorption of the carbonyl group bonded directly to the phenyl group was observed at 1730 cm^{-1}.

Analysis result according to ^{1}H-NMR is going to be shown in the following. (see formula in page 5)

(a) + (b) = 5.82 to 6.41 ppm (multi prette, 6H)
(c) + (e) = 3.97 to 4.33 ppm (multi prette, 8H)
(f) + (g) = 6.89 to 8.21 ppm (tetra plette, 8H)

Results of the elemental analysis were as follows.

table 1

elemental analysis	C	H
measured value	0.7008	0.0690
theoretical value	0.6913	0.711

Also, a molecular ion peak at m/e = 538 was observed by mass spectrum analysis.

From the above result, the reaction products were confirmed to be the compound expressed by the structural formula on page 5.

example of practice 2

4.30 g of compound a synthesized in example of practice 1 (0.01 mol), 1.58 g of pyridine (0.02 mol), and 40 ml of tetrahydrofuran were added to a 100 ml flask. While it was stirred, 2.30 g of chloride methacrylate (0.022 mol) was titrated gradually at normal temperature. After it was stirred at room temperature for 1 hour, the temperature was raised gradually, and it was refluxed for 3 hours. After the reaction liquid was filtered to remove tetrahydrofuran, the remaining solid was recrystallized using isobutyl alcohol. 2.32 g of white crystal with the following structure was obtained. The yield was 40.8 %.

Analysis result according to ^{1}H-NMR is going to be shown in the following. (see formula in page 6 in top)

(a) = 5.69, 6.07 ppm (doublet, 4H)
(b) = 1.91 ppm (singlet, 6H)
(c) + (e) = 4.07 to 4.36 ppm (multiplette, 8H)
(d) = 1.52 to 1.80 ppm (multiplette, 16H)
(f) + (g) = 7.04 to 8,22 ppm (tetraplette, 8H)

Result of the elemental analysis was as follows.

table 2

elemental analysis	C	
measured value	0.7133	0.
theoretical value	0.6994	0.

A molecular ion peak at m/e = was also observed by mass spectrum analysis.

From the above result, the reaction product was confirmed as the compound expressed by the structural formula on the top of page 6.

example of practice 3

2.3 g of 4-hydroxyphenyl 4-hydroxy benzoate (0.01 mol), 40 ml of acetone, and 1.38 g of potassium carbonate were added to 100ml flask. While nitrogen was introduced, it was refluxed for 3 hours. After that, 5.3 g of 10-brom 1-octanol (0.022 mol) was titrated taking 1 hour, and it was refluxed again for another 30 hours. After it was neutralized with hydrochloric acid, it was precipitated by adding a large amount of water, and the remaining solid was recrystallized using methanol, and 2.1 g of a white crystal was obtained. The yield was 38.9 %.

Next, 5.4 g of this white crystal (0.01 mol), 1.58 g of pyridine (0.02 mol), and 40 ml of tetrahydrofuran were added to another 100 ml flask. While it was stirred, 2.18 g of chloride methacrylate (0.022mol) was titrated gradually at room temperature. After it was stirred at room temperature for 1 hour, the temperature was raised gradually, and it was refluxed for 3 hours. After the reaction liquid was filtered to remove tetrahydrofuran, the remaining solid was recrystallized using isobutyl alcohol. 3.6 g of a white crystal with the following structure was obtained. The yield was 66.9 %.

An infrared absorption spectrum showed the same absorption as in example of practice 1.

The results of the ^{1}H-NMR analysis is shown in the following.

see formula at the bottom of page 6

(a) = 5.71, 6.13 ppm (doublet, 4H)
(c) + (e) = 4.04 to 4.42 ppm (multiple, 8H)
(f) + (g) = 7.02 to 8.41 ppm (tetraplette, 8H)
The elemental analysis results are shown in the following.

table 3

elemental analysis	C	
measured value	0.7481	0.
theoretical value	0.7430	0.

A molecular ion peak at m/e = 662 was also observed by mass spectrum analysis.

From the above result, the reaction product was confirmed as the compound expressed by the structural formula on the bottom of page 6.

(19)日本国特許庁（JP）

(12) 公開特許公報(A)

(11)特許出願公開番号
特開平5－178794

(43)公開日 平成5年(1993)7月20日

(51)Int.Cl.⁵	識別記号	庁内整理番号	F I	技術表示箇所
C07C 69/92		9279－4H		
269/02		6917－4H		
271/16		6917－4H		
C08F 20/30	MMV	7242－4J		
// C08F 299/06	MRX	7442－4J		

審査請求 未請求 請求項の数1(全 7 頁)

(21)出願番号 特願平3－344860

(22)出願日 平成3年(1991)12月26日

(71)出願人 000003182
徳山曹達株式会社
山口県徳山市御影町1番1号

(72)発明者 細藤 靖之
山口県徳山市御影町1番1号 徳山曹達株式会社内

(72)発明者 佐藤 猛
山口県徳山市御影町1番1号 徳山曹達株式会社内

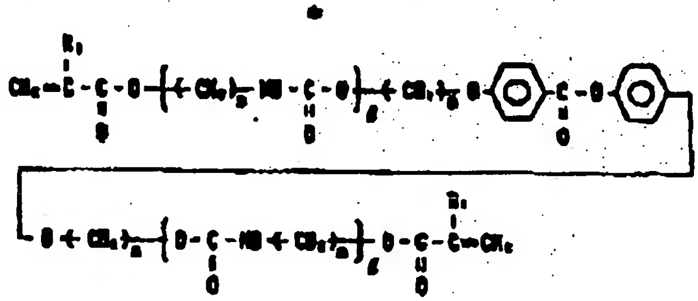
(54)【発明の名称】 2官能(メタ)アクリレート

(57)【要約】

【目的】 新規なラジカル重合性の2官能(メタ)アクリレートを提供する。

【構成】 一般式

【化1】

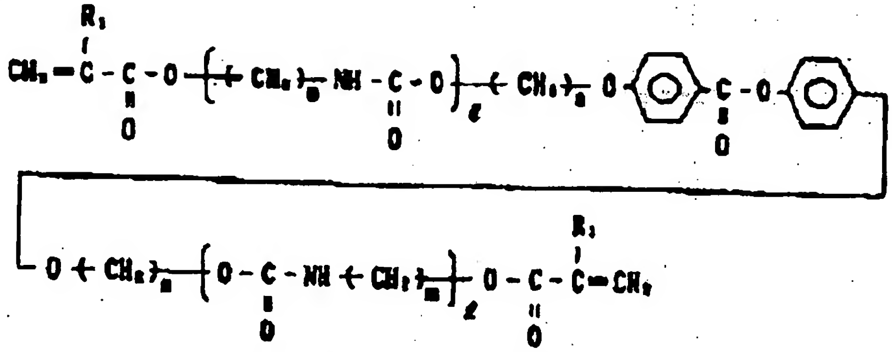


(式中、R_1はH又はCH_3、lは0又は1、mは2～4、nは2～12である)で示される2官能(メタ)アクリレート化合物である。

【特許請求の範囲】

【請求項1】 一般式、

【化1】



（式中R_1は－H又は－CH_3、lは0又は1、mは2～4、nは2～12である）で示される2官能（メタ）アクリレート。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【産業上の利用分野】本発明は、新規な2官能（メタ）アクリレートに関する。

【0002】

【従来の技術】従来より重合体又は共重合体の原料に供される種々の多官能（メタ）アクリレートモノマーが知られている。例えば、ヘキサンジオール（メタ）アクリレート、ネオペンチルグリコールジ（メタ）アクリレート、ポリエチレングリコールジ（メタ）アクリレート、ポリプロピレングリコールジ（メタ）アクリレート、グリセリントリ（メタ）アクリレート、トリメチロールプロパントリ（メタ）アクリレート、ペンタエリスリトールトリ（メタ）アクリレート、ジペンタエリスリトールヘキサ（メタ）アクリレート等の脂肪族系（メタ）アクリレート或いはビスフェノールAグリシジルジ（メタ）アクリレート、エチレンオキサイド変性ビスフェノールAジ（メタ）アクリレート、等の芳香族系（メタ）アクリレート等が公知である。

【0003】これらの脂肪族系或いは芳香族系（メタ）アクリレートは一般に電子部品材料、光学材料、歯科材料、各種高分子の架橋材料として用いられる。しかしながら、脂肪族系（メタ）アクリレートは一般に重合性に優れるもののその重合体は物理強度、耐久性が十分でない等の問題を有しており、また芳香族系（メタ）アクリレートは、脂肪族系（メタ）アクリレートと比較してこれらの物性に優れた重合体を提供するがなお十分に満足されるものでない。

【0004】

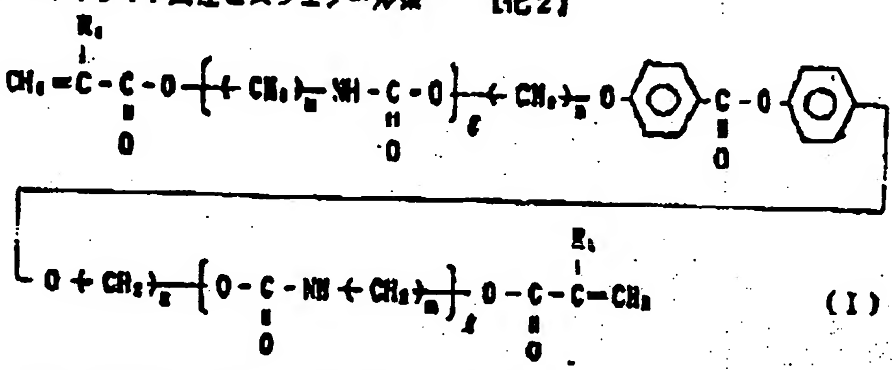
【発明が解決しようとする課題】本発明は上記問題に鑑み、物理的強度、耐久性に優れた重合体を提供するための材料を得ることを目的とする。

【0005】

【課題を解決するための手段】即ち本発明は一般式（I）、

【0006】

【化2】



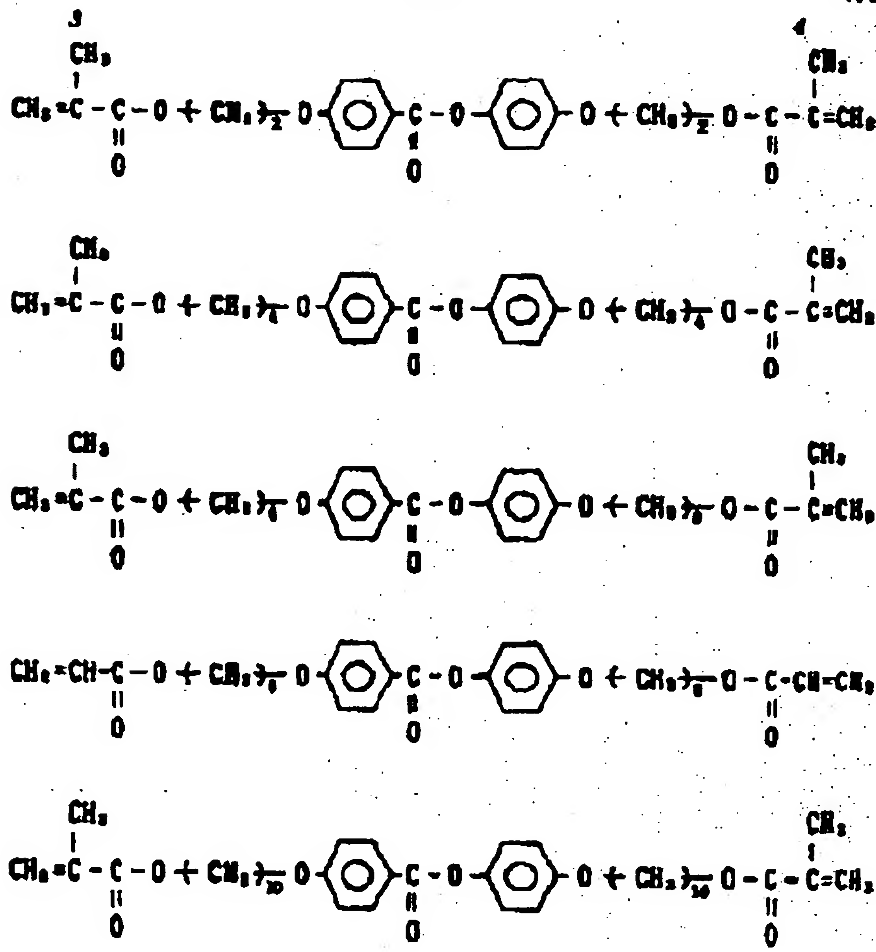
（I）

【0007】（式中R_1は－H又は－CH_3、lは0又は1、mは2～4、nは2～12である）で示される2官能（メタ）アクリレートである。

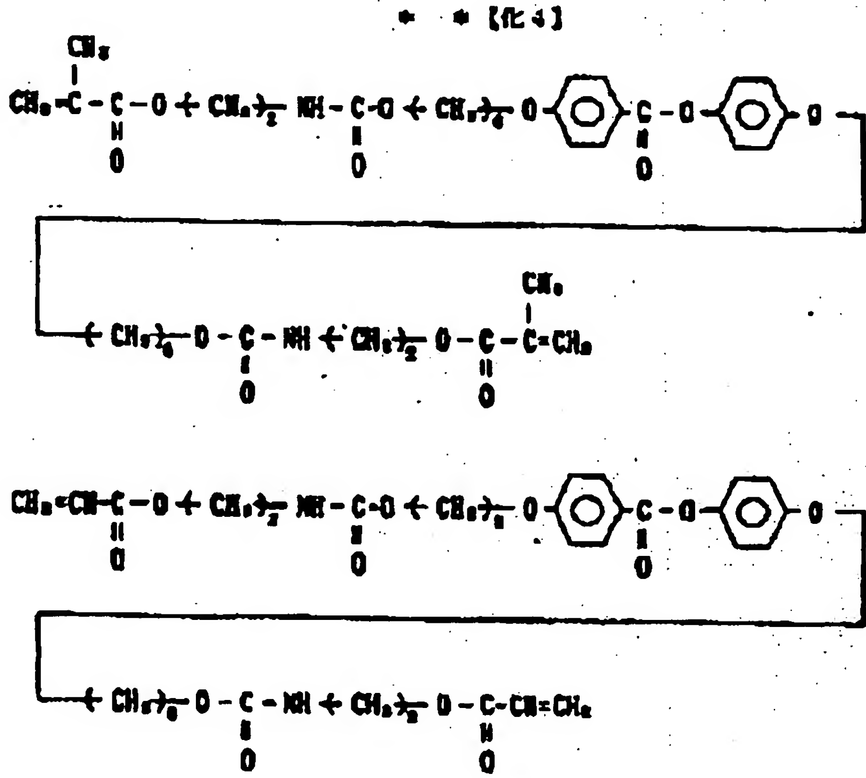
【0008】本発明の（メタ）アクリレートは上記一般式（I）で示されるものであるが、特に好適なものを更に具体的に示すと次の化合物である。

【0009】

【化3】



【0010】 ＊ ＊【化4】



【0011】である。 一般に次の(a)～(d)のような手段で一般式(I)

【0013】(a) 赤外吸収スペクトル（IR）
一般に（メタ）アクリル酸エステルにおいて、1720cm⁻¹付近にカルボニル基に基づく吸収が、1640cm⁻¹に二重結合による吸収が観察される。フェニル基に直接結合したカルボニル基の吸収は1730cm⁻¹に、フェニル基の吸収は160cm⁻¹付近に観察される。また−NH−C（O）C−に由来するカルボニル基の吸収は1630〜1700cm⁻¹に観察される。

【0014】(b) ¹H核磁気共鳴スペクトル
¹Hの化学シフトを調べる事によって生成物を同定することが出来る。本発明の化合物についての具体的な同定については後述する実施例で述べるが、本発明の化合物が何であるかは¹H核磁気共鳴スペクトルで確認することができる。

【0015】(c) 質量スペクトル
フィールドイオン−質量スペクトル法を用いて、本発明の化合物の分子イオンピークM⁺を確認することができる。

【0016】(d) 元素分析
本発明の化合物の同定は、前記¹H核磁気共鳴スペクトルで判明するか、該化合物におけるH、C、N各元素の理論計算値と実際に得られる化合物との各元素分析結果を比較することにより更に明確な同定が可能となる。

【0017】以上（a）〜（d）に述べたような分析手段で本発明の2官能（メタ）アクリレートを同定することができる。

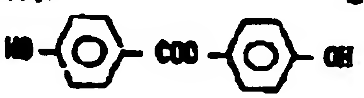
【0018】本発明の2官能（メタ）アクリレートの製造方法は特に限定されず、いかなる方法によって得てもよい。代表的な製造方法を以下に説明する。

【0019】一般式（1）

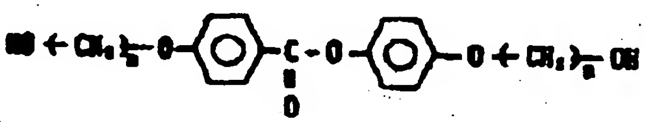
X−（CH_2）ₙ−OH　　（1）

（XはCl、Brなどのハロゲン原子、nは2〜12の整数である。）で示されるハロゲン化アルコールを下記式（2）で示される4−ヒドロキシフェニル 4−ヒドロキシ安息香酸とエーテル化反応させ下記一般式（3）で示される化合物を得る。

【0020】
【化5】



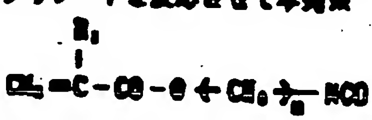
（2）



（3）

【0021】（式中nは2〜12である）次いで上記で得られた一般式（3）の化合物と（メタ）アクリル酸クロライドあるいは下記一般式（4）で表されるイソシアナートアルキル（メタ）アクリレートを反応させて本発明の前記一般式（1）で示される化合物を得る。

【0022】
【化6】



（4）

【0023】（式中、R_1は−Hあるいは−CH_3で、mは2〜4の整数である）上記方法について以下にさらに具体的に説明する。まず、アルコール、エーテル、アセトン、ジメチルホルムアミド等適当な溶媒中で前記一般式（2）の化合物をKOH、K_2CO_3、$NaOC_2H_5$等のリアクタントと反応させてナトリウムあるいはカリウム塩としたものに、前記一般式（1）で表されるハロゲン化アルコールを添加してエーテル化反応を行い前記一般式（3）の化合物を得る。さらに該化合物（3）と、（メタ）アクリル酸クロライドあるいは、前記一般式（4）で表されるイソシアナートアルキル（メタ）アクリレートを適当な溶媒中でピリジン、トリエチルアミン等の塩基性触媒下で反応させ、その後適当な溶媒を用いて再結晶を繰り返すことにより本発明の前記一般式（1）の化合物が得られる。

能（メタ）アクリレートは新規な化合物であり、該化合物は分子骨格中にメソゲン基である安息香酸フェニルエステル基を有し、その両末端にフレキシブルな構造を持つため、モノマー間での相互作用が強く、アルキレンの長さによっては、液晶性を示す、そのため前記一般式（1）で示される（メタ）アクリレート自身、単独で重合させて強度の優れた材料となり得る、さらに反応性希釈剤として他の単量体と共重合させても優れた特性を示す。特に本発明の（メタ）アクリレートは無機充填剤及びラジカル重合開始剤を混合し、歯科用充填材に好適に使用される。この場合は従来の歯科用充填材に比べ2割以上の強度の向上が期待出来る。

【0025】
【実施例】本発明を更に具体的に説明するため以下実施例を挙げて説明するが本発明はこれらの実施例に限定さ

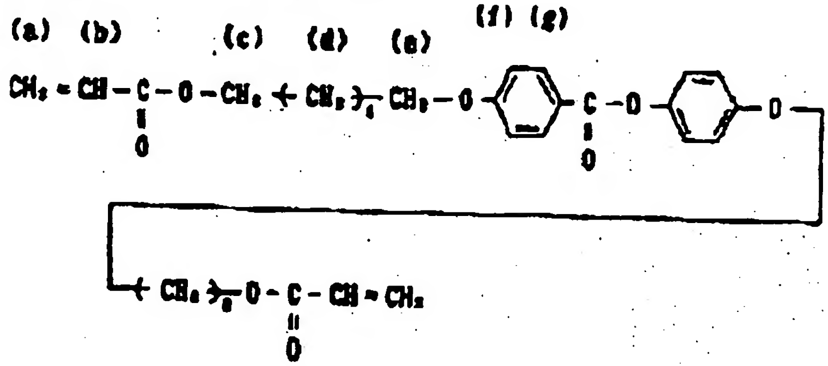
【0026】実施例1
100mlのナス型フラスコに4−ヒドロキシフェニル4−ヒドロキシ安息香酸2．3g（0．01mol）、アセトン40ml、炭酸カリウム1．38gを加え、窒素を導入しながら3時間還流した。その後6−ブロム1−ヘキサノール4．0g（0．022mol）を1時間かけて滴下し、さらに30時間還流した。塩酸で中和した後、多量の水を加えて沈澱させ、回収した固体をメタノールにより再結晶して1．42gの白色結晶（以下単に化合物aと言う）を得た。収率は、33%であった。

【0027】別に用意した100mlのナス型フラスコに化合物a4．3g（0．01mol）とピリジン1．58g（0．02mol）、テトラヒドロフラン40mlを加え、撹拌しながら室温にてアクリル酸クロライド2．18g（0．022mol）を徐々に滴下した。室温で1時間撹拌した後徐々に温度を上げ3時間還流した。反応液を濾過し、テトラヒドロフランを除去した後得られた固体をイソブチルアルコールにより再結晶することにより以下の構造を示す白色結晶1．8gを得た。収率は、33．6%であった。

【0028】得られた反応生成物の赤外吸収スペクトルによれば3400cm^{-1}付近の−OHに基づく吸収が消失し、メタクリレートのカルボニル基及びC＝Cの吸収が1718cm^{-1}と1636cm^{-1}にフェニル基に直接結合したカルボニル基の吸収が1730cm^{-1}に観察された。

【0029】^{1}H−NMRによる分析結果を以下に示す。

【0030】
【化7】



【0031】(a)＋(b)＝5．82〜6．41ppm（マルチプレット，6H）
(c)＋(e)＝3．97〜4．33ppm（マルチプレット，8H）
(d)＝1．41〜1．98ppm（マルチプレット，16H）
(f)＋(g)＝6．89〜8．21ppm（テトラプレット，8H）
元素分析の結果は以下に示す通りであった。

【0032】
【表1】

分析元素	C	H
実測値	0.7006	0.0690
理論計算値	0.6913	0.0711

【0033】また生成物の質量分析スペクトルによりm/e＝538の分子イオンピークが観察された。

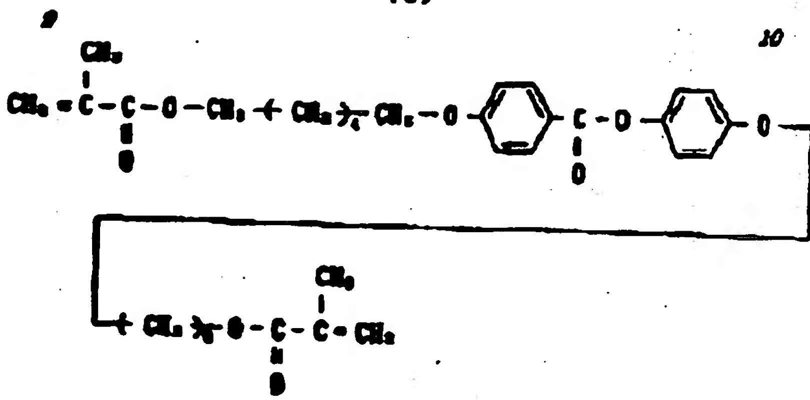
【0034】以上の結果より、目的生成物が上記構造式で示される化合物であることが確認出来た。

【0035】実施例2
100mlのナス型フラスコに実施例1で合成した化合物a4．30g（0．01mol）とピリジン1．58g（0．02mol）、テトラヒドロフラン40mlを加え、撹拌しながら室温にてメタクリル酸クロライド2．30g（0．022mol）を徐々に滴下した。室温で1時間撹拌した後徐々に温度を上げ3時間還流した。反応液を濾過し、テトラヒドロフランを除去した後得られた固体をイソブチルアルコールにより再結晶することにより下記の構造を示す白色結晶2．32gを得た。収率は、40．8%であった。

【0036】この生成物の赤外吸収スペクトルは実施例1と同様な吸収を示した。

【0037】^{1}H−NMRによる分析結果を以下に示す。

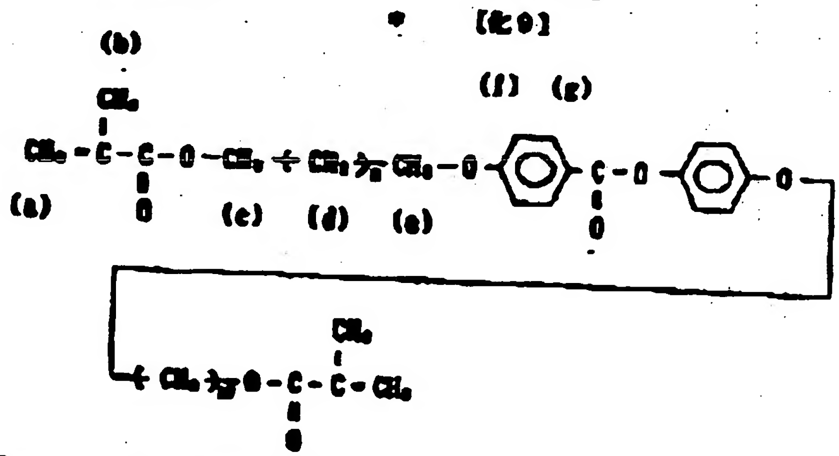
【0038】
【化8】



【0039】(a)＝5．69，6．07ppm（ダブレット，4H）
(b)＝1．91ppm（シングレット，6H）
(c)＋(e)＝4．07～4．36ppm（マルチプレット，8H）
(d)＝1．52～1．80ppm（マルチプレット，16H）
(f)＋(g)＝7．04～8．22ppm（テトラプレット，8H）
元素分析の結果は以下に示す通りであった。
【0040】
【表2】

分析元素	C	H
実測値	0.7132	0.0712
理論計算値	[illegible]	0.0747

【0041】また、生成物の質量分析スペクトルによりm／e＝　の分子イオンピークが観察された。
【0042】以上の結果より、目的生成物が上記構造式で示される化合物であることが確認出来た。
【0043】実施例3
＊100mlのナス型フラスコに4－ヒドロキシフェニル4－ヒドロキシ安息香酸2．3g（0．01mol）、アセトン40ml、炭酸カリウム1．38gを加え、窒素を導入しながら3時間還流した。その後10－ブロム1－オクタノール5．3g（0．022mol）を1時間かけて滴下し、さらに30時間還流した。塩酸で中和した後、多量の水を加えて沈澱させ、回収した粗結晶をメタノールにより再結晶して2．1gの白色結晶を得た。収率は、38．9％であった。
【0044】別に用意した100mlのナス型フラスコに得られた白色結晶5．4g（0．01mol）とピリジン1．58g（0．02mol）、テトラヒドロフラン40mlを加え、撹拌しながら室温にてメタクリル酸クロライド2．18g（0．022mol）を徐々に滴下した。室温で1時間撹拌した後徐々に温度を上げ3時間還流した。反応液を濾過し、テトラヒドロフランを除去した後得られた固体をイソブチルアルコールにより再結晶することにより以下の構造を示す白色結晶3．6gを得た。収率は、66．9％であった。
【0045】この生成物の赤外吸収スペクトルは実施例1と同様な吸収を示した。
【0046】¹H－NMRによる分析結果を示す。
【0047】
【化9】



【0048】(a)＝5．71，6．13ppm（ダブレット，4H）
(c)＋(e)＝4．04～4．42ppm（マルチプレット，8H）

2H)
(f)＋(g)＝7．02～8．41ppm（テトラプレット，8H)
また生成物の元素分析結果を以下に示す。
【0049】
【表3】

分析元素	C	H
実測値	0.7481	0.0603
理論計算値	0.7430	0.0639

【0050】また生成物の質量分析スペクトルによりm／e＝652の分子イオンピークが観察された。
【0051】以上の結果より，目的生成物が上記構造式で示される化合物であることを確認した。